

✓ 1 / 1

Patent Number: JP2003261707
A 20030919

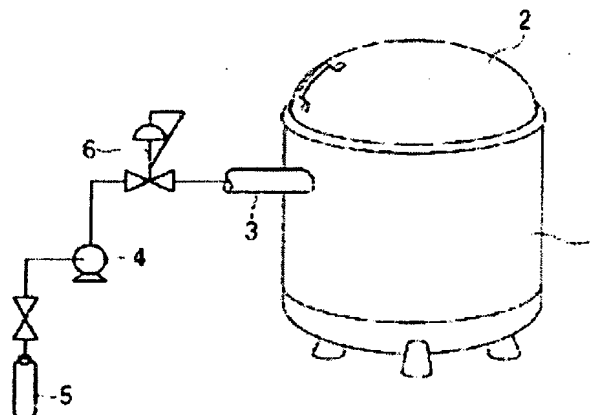
METHOD FOR PRODUCING RESIN FOAM

(JP2003261707)

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain resin foam equal to conventional one even by a simplified production apparatus in producing resin foam using a supercritical fluid as a blowing agent.

SOLUTION: Granule such as powder, pellets, etc., of a thermoplastic resin such as polyethylene, polystyrene, etc., is put in a pressure container 1. An inert fluid such as carbon dioxide, etc., is injected from a gas cylinder 5 into the pressure container by a supply pipe 3, made into a supercritical state and impregnated into the granule. Then the granule in the state is taken out from the pressure container 1, fed to a molding machine, molded and foamed. An extruder equipped with a cross head die is used as the molding machine and a conductor is coated with an isolator composed of resin foam by extrusion coating to produce insulated wire.

COPYRIGHT: (C)2003,JPO



Inventor(s): IINUMA KOICHI

Patent Assignee: FUJIKURA LTD

©Questel Orbit

FamPat family

× JP2003261707 A 20030919
[JP2003261707]
STG: Doc. Laid open to publ.
Inspec.
AP: 2002JP-0062187
20020307

Priority Details: 2002JP-0062187 20020307

©QUESTEL-ORBIT

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2003-261707
(P2003-261707A)

(43)公開日 平成15年9月19日(2003.9.19)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	サーチコード*(参考)
C 0 8 J 9/18	C E R	C 0 8 J 9/18	C E R 4 F 0 7 4
	C E Z		C E Z 4 F 2 0 7
B 2 9 C 47/02		B 2 9 C 47/02	
// B 2 9 K 105:04		B 2 9 K 105:04	
105:22		105:22	
審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 4 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2002-62187(P2002-62187)

(22)出願日 平成14年3月7日(2002.3.7)

(71)出願人 000005186

株式会社フジクラ

東京都江東区木場1丁目5番1号

(72)発明者 飯沼 浩一

東京都江東区木場一丁目5番1号 株式会
社フジクラ内

(74)代理人 100064908

弁理士 志賀 正武 (外3名)

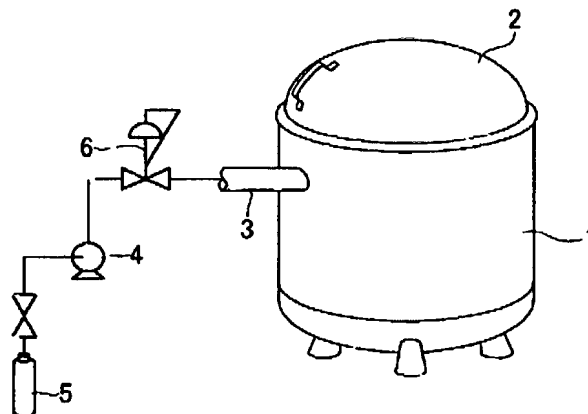
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 樹脂発泡体の製法

(57)【要約】

【課題】超臨界流体を発泡剤として用いて樹脂発泡体を製造する際、簡略化された製造装置によっても従来と同等の樹脂発泡体を製造できるようにする。

【解決手段】ポリエチレン、ポリスチレンなどの熱可塑性樹脂の粉末、ペレットなどの粉粒体を圧力容器1に入れ、この圧力容器1内に二酸化炭素などの不活性流体をガスボンベ5から供給パイプ3により注入し、この不活性流体を超臨界状態として粉粒体に含浸せしめ、ついでこの状態の粉粒体を圧力容器1から取り出して、成形機に投入し成形、発泡せしめる。成形機にクロスヘッドダイを装着した押出機を用い、導体上に樹脂発泡体からなる絶縁体を押出被覆して絶縁電線を製造することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】熱可塑性樹脂の粉粒体を圧力容器に入れ、この圧力容器内に不活性流体を注入し、この不活性流体を超臨界状態として粉粒体に含ませしめ、ついでこの状態の粉粒体を圧力容器から取り出して、成形機に投入し成形、発泡せしめることを特徴とする樹脂発泡体の製法。

【請求項2】不活性流体が二酸化炭素であることを特徴とする請求項1記載の樹脂発泡体の製法。

【請求項3】成形機による成形が押出機による電線の押出被覆であることを特徴とする請求項1または2記載の樹脂発泡体の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、超臨界流体を用いて樹脂発泡体を製造する方法に関し、特にその製造装置の簡略化が図れるようにしたものである。

【0002】

【従来の技術】二酸化炭素(CO_2)、窒素(N_2)などの不活性流体からなる超臨界流体を発泡剤として使用して、発泡ポリスチレン、発泡ポリエチレンなどの樹脂発泡体を製造することは周知であり、例えば米国特許第4473665号公報、米国特許第5158986号公報、特開平8-11190号公報、特開平8-85129号公報、特開平10-175248号公報などに開示がなされている。

【0003】しかしながら、これらの先行発明にあっては、いずれも大型で特殊な製造装置を必要とし、莫大な設備コストを要し、作業効率も悪いという不都合がある。例えば、特開平10-175248号公報に記載の製法は、第1押出機と第2押出機とを用い、第1押出機のシリンダー内に高圧不活性流体供給装置から高圧の超臨界状態の二酸化炭素を圧入し、シリンダー内の熔融樹脂に超臨界状態の二酸化炭素を溶解せしめ、ついでこれを第2押出機に送り込んで混練りし、第2押出機からダイスに送り込んで、ここで減圧して熔融樹脂を発泡せしめ、発泡ポリスチレンなどの樹脂発泡体とするものである。

【0004】このような製造方法では、第1押出機のシリンダー内に二酸化炭素を供給するため、この二酸化炭素の注入圧力は、シリンダー内の樹脂圧力に二酸化炭素を超臨界状態に保つための圧力を加えた高圧力、例えば7~20MPaとしなければならない。このため、第1押出機のシリンダーの耐圧を高める必要があるとともに、二酸化炭素を注入するための高圧不活性流体供給装置の吐出圧力も高くする必要があり、製造設備が高価となる不都合がある。また、シリンダー内の熔融樹脂の圧力が高くなるので、押出作業が安定して行えない欠点もある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】よって、本発明における課題は、二酸化炭素などの超臨界流体を発泡剤として用いて樹脂発泡体を製造する際、簡略化された製造装置によっても従来と同等の樹脂発泡体を製造できるようにすることにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】かかる課題を解決するため、請求項1にかかる発明は、熱可塑性樹脂の粉粒体を圧力容器に入れ、この圧力容器内に不活性流体を注入し、この不活性流体を超臨界状態として粉粒体に含ませしめ、ついでこの状態の粉粒体を圧力容器から取り出して、成形機に投入し成形、発泡せしめることを特徴とする樹脂発泡体の製法である。

【0007】請求項2にかかる発明は、不活性流体が二酸化炭素であることを特徴とする請求項1記載の樹脂発泡体の製法である。請求項3にかかる発明は、成形機による成形が押出機による電線の押出被覆であることを特徴とする請求項1または2記載の樹脂発泡体の製法である。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳しく説明する。本発明で使用される熱可塑性樹脂としては、特に限定されず、ポリスチレン、スチレン・ブタジエン共重合体、アクリロニトリル・スチレン共重合体、アクリロニトリル・ブタジエン・スチレン共重合体などのスチレン系樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・プロピレン共重合体、エチレン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・エチルアクリレート共重合体、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリブテン、ポリカーボネイト、ポリアセタール、ポリフェニレンオキサイド、ポリビニルアルコール、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアミド、ポリイミド、フッ素樹脂、ポリエーテルサルホン、ポリエーテルエーテルケトンなどの1種または2種以上の混合物が用いられる。

【0009】また、この熱可塑性樹脂には、ポリマー成分だけではなく、各種配合剤、添加物が配合、添加されたものも含まれる。このような配合剤、添加剤としては、無機充填剤、無機難燃剤、有機難燃剤、老化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、可塑剤、滑剤、ポリマー系補強剤、着色剤、防かび剤などが挙げられる。

【0010】また、本発明における粉粒体とは、上記熱可塑性樹脂の平均粒径が0.001~0.1mmの範囲にある粉末、粒、ペレット、タブレットなどの粒子を指称し、その個々の粒子の形態はいかなるものであってもよく、押出成形、射出成形などの成形原料となりうる形状であれば特に限られない。

【0011】さらに、本発明において発泡剤として用いられる不活性流体には、上記熱可塑性樹脂と反応しない二酸化炭素、窒素、アルゴン、ヘリウムなどが挙げられ

るが、超臨界状態となる温度、圧力が低く、取り扱いが容易で、樹脂への浸透性に優れ、価格も安価な二酸化炭素がもっとも好ましい。この不活性流体には、助剤としてエタノール、メタノールなどのアルコール類を溶解性向上の目的のために、0.05～10wt%程度添加してもよい。

【0012】次に、本発明の製法を具体的に説明する。まず、図1に示すような圧力容器1を用意する。この圧力容器1は、ステンレス鋼などの鋼材からなる耐圧性の容器であり、その上部には粉粒体を出し入れするための蓋2が開閉可能にかつ密閉可能に設けられている。

【0013】また、この圧力容器1には、その内部に不活性流体を供給するための供給パイプ3の一端が接続され、この供給パイプの他端3は昇圧ポンプ4を介して不活性流体の供給源であるガスボンベ5に接続されている。また、供給パイプ3には、不活性流体の流量、圧力を調整する制御弁6が設けられている。さらに、圧力容器1内部の不活性流体を臨界温度以上に加熱するためのヒーター（図示略）が圧力容器1に取り付けられている。

【0014】次に、この圧力容器1に熱可塑性樹脂の粉粒体を投入する。実際には、布袋やネット、金属製かごなどに粉粒体を詰めて、これを圧力容器1内に入れるなどの方法が取り扱いの点で好ましい。このうち、圧力容器1の蓋2を閉じて、圧力容器1を密閉してから供給パイプ3から二酸化炭素などの不活性流体を、ガスボンベ5から昇圧ポンプ4で加圧して圧力容器1内に供給する。不活性流体の圧力、流量は、制御弁6で適宜調節される。

【0015】ここで供給される不活性流体は、供給される時点で超臨界状態であってもよいし、圧力容器1内に供給された後に超臨界状態としてもよい。圧力容器1内の超臨界状態の不活性流体の圧力、温度は、使用される不活性流体によって異なるが、二酸化炭素の場合には、圧力7.53MPa以上、温度31.4℃以上とされる。圧力容器1内の不活性流体を超臨界状態とし、あるいは超臨界状態を維持するためには、その内部の圧力を不活性粒体の供給圧力で制御し、温度をヒーターで制御することで行われる。

【0016】超臨界状態の不活性流体の粉粒体への含浸時間は、5～500分程度とされ、ほぼ含浸量が飽和となるように調節される。一般に、超臨界状態の不活性流体は、粘度が極めて低く、物質への浸透性が非常に高いので、圧力容器1内での攪拌は原則的に不要であるが、適宜攪拌を行うようにしてもよい。

【0017】かくして、圧力容器1内の粉粒体には、超臨界状態の不活性流体が浸透してゆき、その含浸量は、粉粒体の重量の3～10wt%程度となる。

【0018】ついで、圧力容器1の蓋2を開いて内部の圧力を開放し、内部の粉粒体を取り出す。この圧力の開

放により粉粒体に含浸されている超臨界状態の不活性流体が気体に変化して粉粒体から放散されてゆくが、そのすべてが放散するのではなく、圧力解放後、常温で100分以内であれば、含浸されている不活性流体の約3wt%程度が粉粒体内部に残っている。

【0019】次に、この粉粒体を速やかに押出機、射出成型機などの成形機のホッパーに投入し、その粉粒体をなす熱可塑性樹脂の種類に応じた成形条件で押出成形、射出成形などを行う。この成形の際には、成形機のシリンダー内の圧力、温度は、通常不活性流体の超臨界状態の圧力および温度以上となっているので、シリンダー内で溶融樹脂から不活性流体が抜け出すことはない。

【0020】そして、押出機の出ダイあるいは射出成型機の出金型において、溶融樹脂の圧力が開放されることで、溶融樹脂に含浸されている超臨界状態の不活性流体が気化し、この気化した不活性流体の圧力により溶融樹脂が発泡して樹脂発泡体を得られる。

【0021】この成形に際して、成形機としてクロスヘッドダイを装着した押出機を用い、クロスヘッドダイのマンドレルに導体を連続的に送り込み、溶融樹脂を被覆すれば、この導体上に発泡樹脂体からなる絶縁体が被覆された絶縁電線が得られる。また、Tダイを装着した押出機を用いれば、シート状の樹脂発泡体を得ることができ、射出成型機を用いれば、射出金型のキャビティの形状に応じた形状の樹脂発泡体の成形品が得られる。

【0022】このようにして得られた樹脂発泡体は、発泡倍率が5～15倍、発泡セルの平均径が1～300μm、平均セル密度が $5 \times 10^8 \sim 1 \times 10^{11}$ 個/cm³であり、均一な発泡形態を有するものとなり、従来の製法によるものと同等の品質を持つものが製造できる。

【0023】このような樹脂発泡体の製法によれば、成形機には、通常の押出機や射出成型機がそのまま使用できる。また、超臨界状態の不活性流体の含浸に用いられる圧力容器1は、不活性流体の超臨界状態となる圧力および温度に耐える程度であればよく、例えば二酸化炭素の場合には、圧力7.35MPa、温度31.5℃以上であればよいので、耐圧耐熱性がさほど高いものでなくともよく、さらには昇圧ポンプ4も高能力で高価なものでなくともよく、これらの設備に要する費用を安価にすることができる。

【0024】さらに、成形機での成形条件は、通常の条件となるので、成形が行いやすく、成形効率が低下することもない。また、得られる樹脂発泡体は均一な発泡形態を有し、品質の良好なものが生産できる。また、得られる発泡体には、不活性流体がほとんど残らないので、電気的特性が良好であり、アゾジカルボンアミドなどの化学発泡剤を使用して製造した樹脂発泡体のように、化学発泡剤の分解物が残って誘電特性などの電気的特性が低下するなどの不都合もない。

【0025】以下 具体例を示す。低密度ポリエチレン

のペレット（平均粒径2mm）200gを、ステンレス鋼製で内容量510mlの圧力容器に入れ、この圧力容器に液化二酸化炭素120gを供給し、圧力容器内の圧力を8MPa、温度を40℃として、二酸化炭素を超臨界状態としてペレットに含浸した。

【0026】含浸時間30分経過後、ペレットを圧力容器から取り出し、直ちにクロスヘッドダイ装着押出機のホッパーに投入して、温度190℃、圧力10MPa、スクリュウ回転数80rpmで混練りし、クロスヘッドダイのマンドレル内に連続的に送られる径0.5mmの導体上に押出被覆し、厚さ0.8mmの発泡ポリエチレンからなる絶縁体を有する絶縁電線を製造した。

【0027】この絶縁電線の絶縁体をなす発泡ポリエチレンの発泡倍率は10倍で、平均セル径は5μmで、平均セル密度は 10^9 個/cm³であった。また、この発泡ポリエチレンからなる絶縁体の誘電特性を測定したところ、誘電率は1.5（25℃、1MHz）であり、誘電正接（tanδ）は0.01（%）であった。

【0028】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の樹脂発泡体の製法は、熱可塑性樹脂の粉粒体を圧力容器に入れ、この圧力容器内に不活性流体を注入し、この不活性流体を超臨界状態として粉粒体に含浸せしめ、ついでこの状態の粉粒体を圧力容器から取り出して、成形機に投入し成形、発泡せしめるものである。従来、超臨界流体を利用した樹脂発泡体の製法に比較して、特殊な製作費用が嵩む製造設備を用いる必要がなく、製造コストを低減することができる。

【0029】また、成形機における成形条件も通常の条件でよく、作業効率が低下することなく、さらには従来の製法で製造された樹脂発泡体と同等の品質を有するものが製造できる。

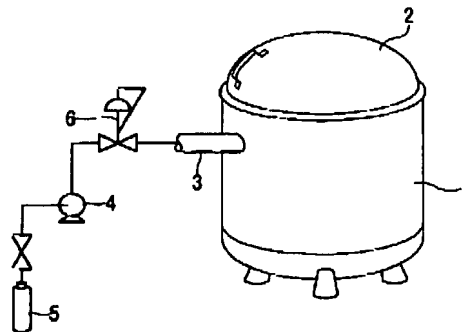
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の樹脂発泡体の製法に用いられる圧力容器の例を示す概略構成図である。

【符号の説明】

1・・・圧力容器。

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

B29L 31:34

C08L 101:00

識別記号

FI

B29L 31:34

C08L 101:00

(参考)

Fターム(参考) 4F074 AA20 BA32 BA86 CA24 CA34

CA35 CB51 CC32Y CC34Y

CC45Y DA02 DA03 DA24

DA48

4F207 AA07 AB02 AD03 AD15 AG03

AG20 AH35 KA01 KA11 KB18

KL58 KL84